

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-210850

(43)Date of publication of application : 11.08.1995

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

G11B 5/72

(21)Application number : 06-003618

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEM CORP

(22)Date of filing : 18.01.1994

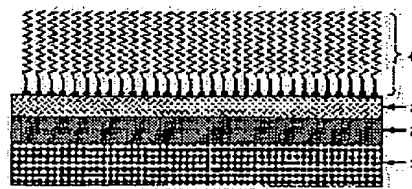
(72)Inventor : SANO KEIICHIRO  
MURAYAMA HIDEKI

## (54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM

## (57)Abstract:

PURPOSE: To improve lubricity by irradiating a carbonaceous protective film with UV, forming a lubricative layer with lubricant molecules each having a specified functional group at one terminal and bonding the lubricant molecules to the protective film.

CONSTITUTION: A magnetic layer 2, a carbonaceous protective film 5 and a lubricative layer 4 are successively formed on a nonmagnetic substrate 1 to obtain the objective magnetic recording medium. In this case, the protective film 5 is irradiated with UV, the lubricative layer 4 is formed with lubricant molecules each having a functional group selected from among amino, imino, amido, imido, hydrazino and hydrazono at one terminal and the lubricant molecules are fixed on the protective film 5 by hydrogen bonds. The interaction between the carbonaceous protective film 5 and the lubricative layer 4 is effectively produced and superior lubricity is exhibited.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

17.07.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-210850

(43) 公開日 平成7年(1995)8月11日

(51) IntCl.<sup>6</sup>

G 1 1 B 5/66  
5/72

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-3618

(22) 出願日 平成6年(1994)1月18日

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 佐野 桂一郎

神奈川県横浜市緑区鴨志田町1000番地 三

菱化成株式会社総合研究所内

(72) 発明者 村山 英樹

神奈川県横浜市緑区鴨志田市1000番地 三

菱化成株式会社総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 長谷川 曉司

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体

(57) 【要約】

【目的】 潤滑層と炭素質保護膜の結合性を高めることにより、潤滑層が長期にわたり安定に存在し、潤滑性および耐久性に優れた磁気記録媒体を提供する。

【構成】 紫外線照射処理された炭素質保護膜上に、潤滑層が分子の一方の末端にアミノ基、イミノ基、アミド基、イミド基、ヒドラジノ基およびヒドラゾノ基から選ばれる1種の官能基を有する潤滑剤分子からなり、該潤滑剤分子が水素結合により炭素質保護膜に固着してなる磁気記録媒体。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性基板上に磁性層、炭素質保護膜および潤滑層が順次形成されてなる磁気記録媒体において、炭素質保護膜が紫外線照射処理され、潤滑層が分子の一方の末端にアミノ基、イミノ基、アミド基、イミド基、ヒドラジノ基およびヒドラゾノ基から選ばれる 1 種の官能基を有する潤滑剤分子からなり、該潤滑剤分子が水素結合により炭素質保護膜に固着していることを特徴とする磁気記録媒体

【請求項 2】 炭素質保護膜表面が酸素原子を 5 原子% から 30 原子% 含む請求項 1 記載の磁気記録媒体

【請求項 3】 非磁性基板上に磁性層、炭素質保護膜および潤滑層が順次形成されてなる磁気記録媒体の製造方法において、炭素質保護膜を紫外線照射処理したのち、分子の一方の末端にアミノ基、イミノ基、アミド基、イミド基、ヒドラジノ基およびヒドラゾノ基から選ばれる 1 種の官能基を有する潤滑剤分子を炭素質保護膜表面に固着させることにより潤滑層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は長期にわたり潤滑剤を安定に保持し、優れた耐久性を有する磁気記録媒体に関する。この磁気記録媒体はコンピュータ、ワードプロセッサ、ファクシミリ等の電子機器の外部記憶装置に用いられる。

【0002】

【従来の技術】 薄膜型磁気記録媒体は、通常、磁性金属もしくはそれらの合金をメッキ、蒸着またはスパッタリング法等によって非磁性基板上に被着して製造される。実際の使用時においては磁気ヘッドと磁気記録媒体とが高速で接触摺動する。この結果、磁気記録媒体は摩擦損傷を受けたり、磁気特性の劣化を起こしたりする。

【0003】 このような欠点を解決する方法として、磁性層上に保護膜や潤滑層を設けることによって接触摺動の際の静/動摩擦を極力低減し、耐摩擦性を上げることが提案される。保護膜としては、炭素質膜、酸化物膜、窒化物膜及びホウ化物膜等が利用される。潤滑剤としては液体潤滑剤と固体潤滑剤が使用され、一般的には液体潤滑剤であるパーフルオロポリエーテル化合物がディスク表面に塗布されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 磁気記録媒体は、その使用時においてディスク媒体が停止状態から急速に回転加速され、これに伴い浮上ヘッドスライダに浮力が与えられてヘッドは浮上する。使用後に電源が切断されるとディスク媒体を回転させているモータが停止し、ヘッドと媒体とが高速で接触を起こして摺動する。

【0005】 動摩擦係数を低減するために液体潤滑層を設けることは非常に有効であるが、液体潤滑膜を厚くし

ていくと、ヘッドとディスクとの間に液体潤滑剤の表面張力によるメニスカスが形成されて、吸着現象(sticking)が生じることが知られている。このため静摩擦係数が増加し、往々にしてヘッドがディスクに張り付いたまま動作不能となることが指摘されている。

【0006】 近年、面記録密度を高めるためにヘッドの低浮上化とディスク回転の高速化が求められており、媒体基板はより平滑になる方向にある。基板を平滑にするに従い、液体潤滑剤ではヘッドとディスクの吸着現象が非常に発生し易くなるという深刻な欠点があり、また吸着を防ぐために膜厚を減すると十分な耐久性が得られなくなるという問題がある。これらの現象を回避するために、メニスカスを作らない固体の潤滑剤が望まれ、以前から高級脂肪酸やその金属塩等が提案されている。

【0007】 しかしながら、高級脂肪酸やその金属塩等の固体潤滑剤は、常温で固体状態が安定相であるため、ディスク上に塗布した場合に塗膜の一部が結晶化して凝集し易いという問題があった。特に基板が平滑化すると凝集の傾向は著しい。凝集の発生により被膜厚みは不均一になり、ヘッドとディスクとが直接接触する可能性を高めると共に、ヘッド汚れの原因や、ヘッドの飛行不安定化の原因となる恐れがある。

【0008】 また、ディスクの回転速度の高速化に伴い、遠心力によって潤滑剤が揮散していくという問題点がある。スピノフによる潤滑剤膜厚の減少は、耐久性を低下させることになり、好ましくない。固体潤滑剤の凝集を防ぎ、スピノフを抑えるためには、潤滑剤分子を保護膜と有効に結合させ固着する必要がある。

【0009】 保護膜と潤滑剤分子の相互作用を高める方法として、保護膜表面にプラズマ処理、紫外線照射処理等することにより、保護膜表面を親水化することが提案されている。(特開昭 63-308727、特開平 2-37523、特開平 4-49522 等)。しかし、保護膜表面を親水化し、潤滑層を親水基を有する潤滑剤を用いて形成するのでは不十分な相互作用は得られず、保護膜表面に存在する官能基と、潤滑剤分子の官能基とが有効に相互作用を示すような組合せで用いることが重要である。

【0010】 また、潤滑性能を損なわないためには、保護膜と潤滑剤分子とを適度な結合力で固着する方策としては、例えばアルキルシランをポリマー化する方法が提案されている(特開平 2-103721、特開平 2-103722)。この方法では、潤滑層はポリマー化され、共有結合で保護膜と固着するため、分子の動きが抑制され、潤滑性が不十分である。

【0011】 潤滑剤分子を固定化するにあたっては、潤滑剤分子が凝集を起こさない十分な強さで保護膜と相互作用し、しかも固着することが潤滑性能とトレードオフの関係にならないような可逆的な固着方法が理想的である。本発明の目的は、潤滑層が保護膜表面に安定に固定

され、潤滑層が薄膜であっても優れた潤滑性、耐久性を発現し、潤滑剤分子が凝集することのない磁気記録媒体を提供することにある。

#### 【0012】

【課題を解決するための手段】本発明の目的は、非磁性基板上に磁性層、炭素質保護膜および潤滑層を順次形成してなる磁気記録媒体において、炭素質保護膜が紫外線照射処理され、潤滑層が分子の一方の末端にアミノ基、イミノ基、アミド基、イミド基、ヒドラジノ基およびヒドラゾノ基から選ばれる一種の官能基を有する潤滑剤分子からなり、潤滑剤分子が水素結合により炭素質保護膜に固着していることを特徴とする磁気記録媒体により達成される。

【0013】すなわち本発明においては、炭素質保護膜表面に紫外線照射処理により形成されたカルボニル基、ヒドロキシル基等の官能基と水素結合によって固着する潤滑剤を用いた潤滑層を備えることで、潤滑性能を損なうことなく安定に潤滑層を炭素質保護膜表面に保持することが可能となる。以下、本発明を更に詳細に説明する。

【0014】図1は、本発明による磁気記録媒体の構成を示すものである。非磁性基板1上に磁性層2、炭素質保護膜3、潤滑層4が順次形成された磁気記録媒体において、炭素質保護膜に潤滑剤分子が固着している様子を示す。非磁性基板としては、通常、無電解メッキ法によりニッケル・リン層が形成されたアルミニウム合金板またはガラス基板が用いられるが、そのほかセラミックス基板、樹脂基板、炭素質基板等を用いることもできる。磁性層としては、例えばコバルトまたはCoP系合金、CoNiP系合金、CoNiCr系合金、CoNiPt系合金、CoCrPt系合金、CoCrPtTa系合金等のコバルト合金等であり、非磁性基板上に必要に応じて下引層を設けたのち、無電解メッキ法、電解メッキ法、スパッタリング法、蒸着法等によって形成される。磁性層の膜厚は、磁気記録媒体として要求される特性により決定され、通常100～700Åである。保護膜としては例えば、カーボン膜、水素化カーボン膜等の炭素質保護膜が用いられる。炭素質保護膜はスパッタリング法、プラズマCVD法、イオンプレーティング法等により形成され、通常50～500Å、好適には100～300Åの膜厚で用いられる。

【0015】炭素質保護膜表面への紫外線照射処理法としては、波長185nm、254nm、出力50W以上の紫外線を、酸素含有雰囲気下で10～50mmの距離から30秒～15分、好ましくは1分～5分照射する。紫外線照射処理により、炭素質保護膜表面にカルボニル基、ヒドロキシル基等の官能基が形成される。潤滑剤分子が水素結合によって固着するためには、炭素質保護膜表面に酸素原子が5原子%～30原子%含まれていることが好ましい。紫外線照射処理後の炭素質保護膜表面の

カーボンの状態は、X線光電子分光法（以下XPSとする）により分析できる。本発明においてXPSによる分析法としては、X線源としてAlK $\alpha$ 線、取出角65度（分析深さ～50Å）で行われ、酸素原子の含有率は、炭素原子と酸素原子のスペクトル強度に対する酸素原子のスペクトル強度（面積比）から算出される。また、C1sのピークを、285eVのC-C結合およびC-H結合（ $\alpha$ ）、289eVのC=O結合（ $\beta$ ）とすると、 $\beta/\alpha=0.1$ 以上、0.1～0.3が好ましく、0.1～0.2の範囲内であることが更に好ましい。これらの値が小さすぎると、結合基が少なくなり、潤滑剤分子が有効に固着することができないことがある。

【0016】紫外線照射処理してから潤滑層を形成するまでの時間は特に制限はないが、通常1日以内に行うのが好ましい。炭素質保護膜の紫外線照射処理により生成したカルボニル基、ヒドロキシル基等の官能基と、効果的に水素結合を形成するために、潤滑剤としては、分子の一方の末端にアミノ基、イミノ基、アミド基、イミド基、ヒドラジノ基およびヒドラゾノ基から選ばれる一種の官能基を有するものが用いられ、例えばステアリルアミン、ステアリン酸アミド等である。潤滑剤をアルコール、ケトン、エーテル、エステル、芳香族炭化水素、ハロゲン化炭化水素等の有機溶媒に溶解させて、浸漬法、スピンコート法、スプレー法、LB法等を用いて潤滑層を形成することが可能である。

#### 【0017】

【実施例】以下、実施例によって本発明を具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り実施例に限定されるものではない。

##### 実施例1

中心線平均粗さ(Ra)が50～80Åのアルミニウム合金の基板上にスパッタリング法によりクロム層1200Å、コバルト合金の磁性層500Åを形成した直径3.5インチの磁気ディスクに、炭素保護膜200Åを形成した。この磁気ディスク表面に波長185nm、254nm、出力90Wの紫外線を15mmの距離から5分間空気中で照射し、炭素保護膜表面の酸素原子含有率20%のディスクを得た。紫外線照射後1時間以内に、該ディスクにステアリルアミンを3mmol/lの濃度で含むクロロホルム溶液を用い、浸漬法により、32Åの潤滑層を形成した。

【0018】潤滑層を形成したディスクについて、密着性試験と凝集性試験を行った。密着性試験については、ディスクをクロロホルム中に5分間浸漬したのち、30mm/minで引き上げ、このクロロホルム洗浄による潤滑層の膜厚変化により評価した。凝集性試験については、温度25℃、湿度40%の環境下にディスクを放置し、光学顕微鏡で凝集や結晶の発生を観察した。密着性試験と凝集性試験を行った結果を表1に示す。

【0019】紫外線照射処理した直後の炭素質保護膜の

表面分析は、XPSによりX線源としてAlK $\alpha$ 線、14kV-300W、モノクロメーターを使用し、分析面積0.8×3.5mm、取出角65度（分析深さ～50Å）として行った。SC1sのピークを285eVのC-C結合およびC-H結合（ $\alpha$ ）、289eVのC=O結合（ $\beta$ ）として、 $\alpha$ に対する $\beta$ の比を表2に示す。

#### 【0020】実施例2

実施例1と同様にして、水素化カーボン保護膜200Åを形成したディスク表面に、実施例1と同様に紫外線照射処理し、水素化カーボン保護膜表面の酸素原子含有率20%のディスクを得た。次いで、実施例1と同様のステアリルアミンを用いて潤滑層を形成し、実施例1と同様に密着性試験と凝集性試験を行った結果を表1に示す。実施例1と同様に、紫外線照射処理した直後の水素化カーボン保護膜表面のXPSによる結果を表2に示す。

#### 【0021】実施例3

実施例1と同様にして、炭素保護膜を形成したディスク表面に、実施例1と同様に紫外線照射処理したのち、ステアリン酸アミドを3mmol/lの濃度で含むクロロホルム溶液を用いて潤滑層を形成し、実施例1と同様に密着性試験と凝集性試験を行った結果を表1に示す。

#### 【0022】比較例1

実施例1と同様にして炭素保護膜を形成したディスク表面に、紫外線照射処理したのち、ステアリン酸を3mmol/lの濃度で含むクロロホルム溶液を用いて潤滑層を形成し、実施例1と同様に密着性試験と凝集性試験を行った結果を表1に示す。

#### 【0023】比較例2

実施例1と同様にして炭素保護膜を形成したディスク表面に、紫外線照射処理せずに、実施例1と同様のステアリルアミンを用いて、潤滑層を形成し、実施例1と同様に密着性試験と凝集性試験を行った結果を表1に示す。

比較例3  
実施例2と同様にして水素化カーボン膜を形成したディスク表面に、紫外線照射処理せずに、実施例1と同様のステアリルアミンを用いて潤滑層を形成し、実施例1と同様に密着性試験と凝集性試験を行った結果を表1に示す。

#### 【0024】

#### 【表1】

	密着性試験		凝集性試験 (25℃, 40%RH)
	潤滑層	残存膜厚	
実施例1	32Å	13Å	なし(30日以上)
実施例2	36Å	12Å	なし(30日以上)
実施例3	25Å	12Å	なし(30日以上)
比較例1	20Å	—	あり(1日)
比較例2	30Å	6Å	あり(12日)
比較例3	26Å	—	あり(3日)

#### 【0025】

#### 【表2】

保護膜	紫外線照射	$\beta/\alpha$
炭素	処理前	0.07
	処理後	0.1
水素化 カーボン	処理前	0.04
	処理後	0.1

【0026】このように、紫外線照射により炭素質保護膜表面に形成されたカルボニル基、ヒドロキシル基等の官能基と、水素結合によって固着する官能基を有する潤滑剤を用いた潤滑層を設けることによって、効果的に炭素質保護膜と潤滑層との相互作用が発現する。

#### 【0027】

【発明の効果】本発明によれば、潤滑剤分子がスピンオフしたり凝集したりすることなく炭素質保護膜表面に安定に保持されるので、平滑な基板に対しても優れた潤滑性を発現し、かつ長期間の使用に対しても十分な耐久性が実現される。

#### 【図面の簡単な説明】

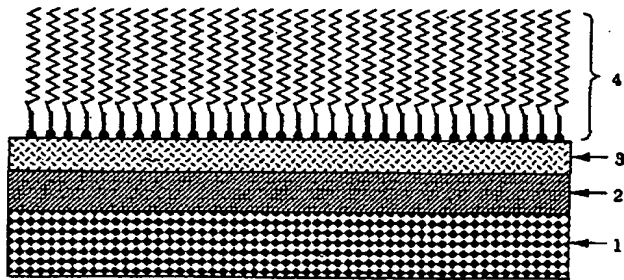
【図1】 本発明の磁気記録媒体の概念断面図である。

【図2】 本発明の磁気記録媒体の潤滑システム構成原理を、例として紫外線照射処理を行った炭素質保護膜上にステアリルアミンを用いて示した概念図である。

#### 【符号の説明】

- 1 非磁性基板
- 2 磁性層
- 3 保護膜
- 4 潤滑層
- 5 炭素質保護膜
- 6 ステアリルアミン

【図1】



【図2】

